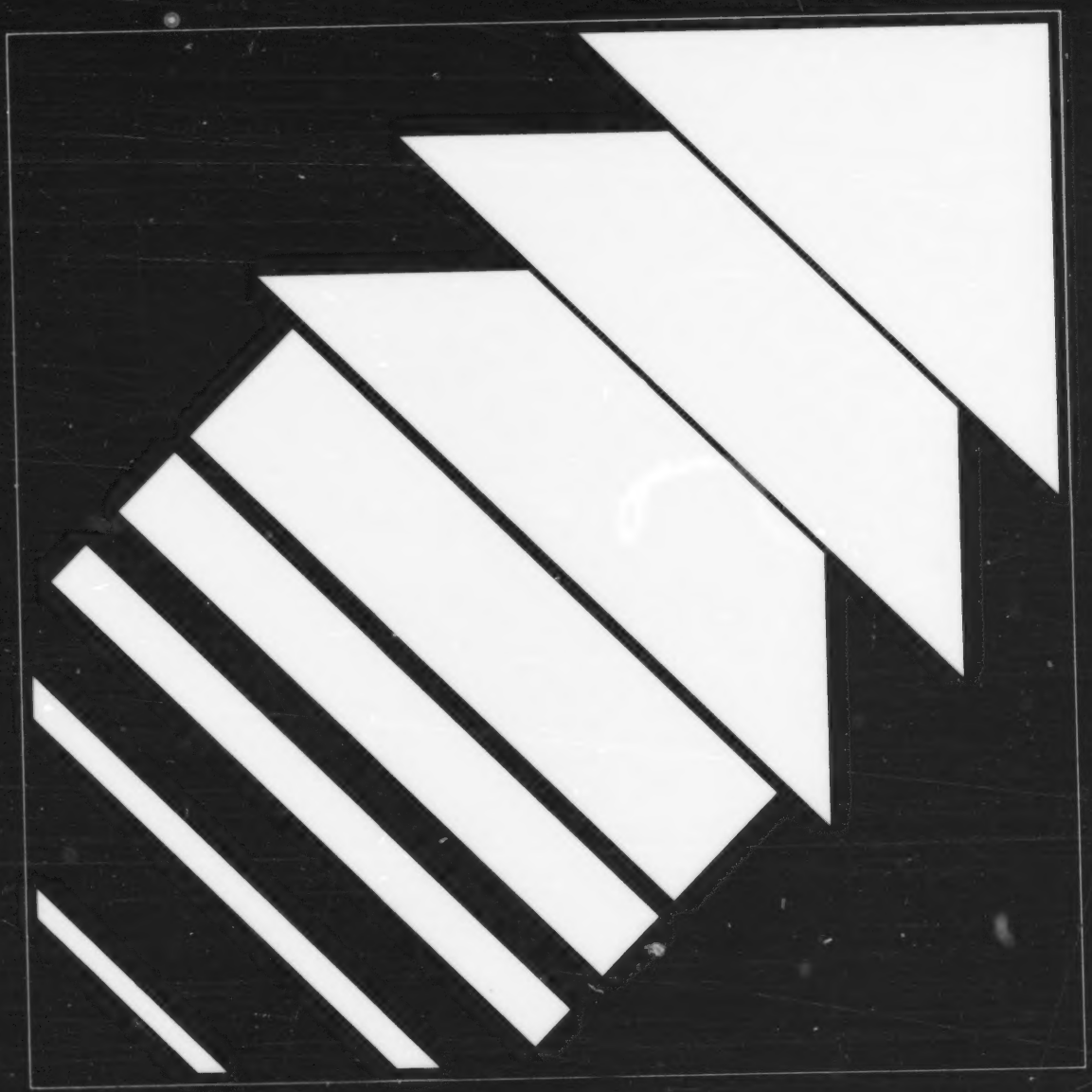
PROGRAMME NATIONAL DE RECHERCHE SUR LES RÉSIDUS D'URANIUM

MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE D'ORIGINE VÉGÉTALE, CONTENANT DES RADIONUCLÉIDES

PNRRU-4F



Canada

88-03400/

MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE D'ORIGINE VÉGÉTALE, CONTENANT DES RADIONUCLÉIDES

J.L. Dalton et W.S. Bowman

Programme national de recherche sur les résidus d'uranium

PNRRU-4F

CANMET

Centre canadien de la technologie des minéraux et de l'énergie

Canada Centre for Mineral and Energy Technology

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1988

En vente au Canada par l'entremise des

Librairies associées
et autres libraires

ou par la poste auprès du

Centre d'édition du gouvernement du Canada
Approvisionnements et Services Canada
Ottawa (Canada) K1A 0S9

N° de catalogue M 39-15 4-1988 F	au Canada:	$3.00
ISBN 0-660-92286-X	à l'étranger:	$3.60

Prix sujet à changement sans préavis

AVANT-PROPOS

Environ cent trente millions de tonnes de déchets de mine (résidus ou stériles) résultant de l'extraction et du broyage du minerai d'uranium reposent présentement en surface ou près de la surface du sol au Canada. Au cours des audiences publiques et autres débats tenus en vue d'étudier les propositions relatives à l'établissement de nouvelles installations pour l'exploitation de l'uranium, on a manifesté de l'inquiétude à propos de l'incidence environnementale future des stériles. Les organismes régulateurs du gouvernement croient que les résidus d'uranium peuvent à long terme avoir des conséquences dont la gravité nous échappe actuellement, sur l'environnement et la santé des travailleurs.

Pour donner suite à une étude d'un an à laquelle a participé un groupe de scientifiques du gouvernement, de l'industrie et des universités et qui portait sur les problèmes à long terme que pose la gestion des résidus d'uranium, le Gouvernement fédéral a élaboré un programme R-D en vue d'élucider la nature et l'étendue des difficultés qui pourront se poser à l'avenir. On espère que les résultats de ce programme permettront à la Commission de l'Énergie atomique du Canada et aux organismes régulateurs provinciaux de procéder plus facilement à l'élaboration de normes relatives au confinement et à l'abandon des résidus. À cette fin, le gouvernement a financé jusqu'à concurrence de 8,5 millions de dollars le Programme national de recherche sur les résidus d'uranium du CANMET, et ce pour une période de cinq ans.

Le but principal du Programme est de fournir une source d'information scientifique valable qui permette aux organismes régulateurs du gouvernement de prendre des décisions avec assurance et en toute connaissance de cause, et d'établir des normes assurant à long terme la santé des travailleurs et de l'environnement. La banque d'information scientifique fournira la description, entre autres, des processus physiques et chimiques auxquels participent les éléments constituants des résidus de mine, et du cheminement de ceux-ci dans la biosphère.

Les activités du Programme national de recherche sur les résidus d'uranium, qui ont toutes été adjugées par contrat, comprenaient des travaux de recherche sur les processus relatifs au comportement et au mouvement des impuretés provenant des résidus, des échantillonnages et des mesures sur le terrain, ainsi que des analyses chimiques et la modélisation aux fins de prédiction. Les résultats de ces activités sont présentés dans des guides dont la publication fait partie intégrante du programme.

Ce guide a été préparé afin de fournir à toutes les personnes qui s'intéressent activement aux aspects opérationnels de la gestion et de la réglementation relative aux résidus d'uranium, des données récentes et des renseignements intéressants et utiles.

W.G. Jeffery
Directeur général
Centre canadien de la technologie des minéraux et de l'énergie.

FOREWORD

In Canada there are currently about 130 million tonnes of mine wastes (tailings) produced from the mining and milling of uranium ore that are on or near the surface. At public hearings and other forums held in connection with proposals for new uranium production facilities, concern has been expressed about the impact that these wastes may have on the environment in the future. Government regulatory agencies believe that there may be long-term environmental and health consequences associated with uranium tailings that are not yet fully understood.

As a result of a year-long study by a group of experts from government, industry and the universities, into the possible long-term problems of uranium tailings management, the Federal Government decided to launch an R&D program to assist in clarifying the nature and extent of problems that may arise in the future. It is anticipated that the results of such a program will be of use to the Atomic Energy Control Board and to provincial regulatory agencies in the establishment of criteria for the decommissioning and abandonment of uranium tailings. To this end, the National Uranium Tailings Program of CANMET has been funded to the extent of $8.5 million for a period of five years.

The main objective of this Program is to provide a scientifically credible information base that will assist government regulatory agencies in making confident, knowledgeable decisions, and in establishing criteria for the long-term protection of the environment and human health. The scientific information base will, among other things, describe the chemical and physical processes that involve tailings constituents and their movement along pathways from the tailings into the biosphere.

The National Uranium Tailings Program's activities, which have been entirely contracted out, have included research into the processes involved in the behaviour and movement of contaminants from tailings, field sampling and measurements, chemical analyses, and predictive modelling. As an important part of the Program output, manuals have been prepared that incorporate the results of this work.

This manual has been prepared for the purpose of making available up-to-date information and data that will be of interest and practical use to those directly concerned with operational aspects of uranium tailings management and regulation.

W.G. Jeffery
Director General
Canada Centre for Mineral and Energy Technology

PRÉFACE

À la fin de 1983, le Sous-comité analytique du Comité métallurgique des producteurs canadiens d'uranium a signalé aux responsables du Programme national de recherche sur les résidus d'uranium (PNRRU) que l'on devait disposer de matériaux de référence de composition biologique connue, homologués du point de vue de leur contenu en radionucléides appartenant à la chaîne de désintégration de l'uranium. Le PNRRU a accepté de financer la préparation de ces produits, qui pourront être utilisés dans des évaluations qualitatives de l'analyse des matériaux – non seulement dans le cadre des projets du PNRRU, mais aussi dans le cadre des recherches entreprises par des chercheurs de la collectivité des chimistes analytiques dans son ensemble. On a recueilli et préparé de façon adéquate deux types de matériaux biologiques – végétaux et poisson. Malheureusement, dans les fractions analysées contenant du poisson, les concentrations de radionucléides nous intéressant étaient trop faibles pour être utiles. Toutefois, les matériaux d'origine végétale – brindilles et aiguilles d'épinette – convenaient, et dans ce rapport, nous décrivons la préparation des échantillons et le programme analytique ultérieur interlaboratoires, grâce auxquels ces deux matériaux d'origine végétale pourront servir de matériel de référence.

REMERCIEMENTS

Je désire remercier H.F. Steger, P. Westra, D. McIntosh, C.W. Smith et R. Sutarno d'avoir préparé et distribué les matériaux.

Je suis aussi reconnaissant envers les laboratoires qui ont volontairement participé à ce programme, d'avoir contribué aux échanges d'échantillons CLV-1 et CLV-2. En particulier, je désire exprimer ma reconnaissance à Lloyd Dalton, qui a fait office d'autorité scientifique et dont les efforts ont garanti le succès de ces recherches.

Roy John
Directeur du projet, Mesures
Programme national de recherche sur les résidus d'uranium

MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE D'ORIGINE VÉGÉTALE, CONTENANT DES RADIONUCLÉIDES

J.L. Dalton* et W.S. Bowman**

RÉSUMÉ

On a préparé deux échantillons, CLV-1 et CLV-2, composés respectivement de brindilles et d'aiguilles d'épinette, et provenant de la zone d'exploitation du minerai d'uranium de Cluff Lake, dans le nord de la Saskatchewan; ceux-ci serviront de matériaux de référence aux fins d'analyses. On a traité et broyé chacun des matériaux jusqu'à la dimension moins 212 μm, puis mélangé et embouteillé le produit obtenu dans des flacons de 125 g. Lors d'un programme commun à huit laboratoires, on a déterminé l'activité du plomb 210, du polonium 210, du radium 226 et du thorium 230, ainsi que les concentrations d'uranium. On a calculé par traitement statistique des résultats les valeurs concordantes et les paramètres associés, en rapport avec les radioactivités mesurées.

*Chimiste et **Technologue, Laboratoires des sciences minérales, CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, Ottawa, K1A 0G1.

VEGETATIVE RADIONUCLIDE REFERENCE MATERIALS

J.L. Dalton* and W.S. Bowman**

SYNOPSIS

Two samples, CLV-1 and CLV-2, consisting of spruce twigs and spruce needles respectively, from the Cluff Lake uranium mining area in northern Saskatchewan, were prepared as analytical reference materials. Each material was milled and ground to minus 212 μm, blended, and bottled in 125-g units. The radioactivities of lead-210, polonium-210, radium-226, and thorium-230, and the concentration of uranium were determined in an interlaboratory program involving eight laboratories. Consensus values and associated parameters for the radioactivities were calculated by statistical treatment of the results.

*Chemist and **Technologist, Mineral Sciences Laboratories, CANMET, Energy, Mines and Resources Canada, Ottawa, K1A 0G1.

TABLE DES MATIÈRES

AVANT-PROPOS iii

FOREWORD v

PRÉFACE vii

REMERCIEMENTS vii

RÉSUMÉ ix

SYNOPSIS xi

INTRODUCTION 1

PRÉPARATION DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE 1

PROGRAMME INTERLABORATOIRES 1

RÉSULTATS DU PROGRAMME INTERLABORATOIRES 1

DISCUSSION 2

RÉFÉRENCES 3

ANNEXE A
– Rapports des entrepreneurs 9

ANNEXE B
– Laboratoires participants 13

ANNEXE C
– Résumé des méthodes d'analyse 17

TABLEAUX

1. Valeurs reconnues des composants de CLV-1 et CLV-2 4
2. Valeurs provisoires relatives au césium 137 dans CLV-1 et CLV-2 4
3. Information analytique sur les composants 4
4. Valeurs reconnues et paramètres statistiques connexes 5
5. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types dans le cas du plomb 210 dans CLV-1 et CLV-2 5
6. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types dans le cas du polonium 210 dans CLV-1 et CLV-2 6
7. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types dans le cas du radium 226 dans CLV-1 et CLV-2 6
8. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types dans le cas du thorium 230 dans CLV-1 et CLV-2 7
9. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types dans le cas de l'uranium dans CLV-1 et CLV-2 7
10. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types dans le cas du césium 137 dans CLV-1 et CLV-2 8
11. Taux d'émanation de radon 222, E %, dans CLV-1 et CLV-2 8
12. Désintégrations prévues du plomb 210 et du césium 137 dans CLV-1 et CLV-2 8

INTRODUCTION

Il est nécessaire de disposer de matériaux de référence organiques, aux fins d'analyse de produits des séries de désintégration de l'uranium employés dans les études écologiques sur l'exploitation minière et sur le traitement industriel de l'uranium. On prévoit utiliser ces matériaux de référence pour effectuer des contrôles de qualité dans divers laboratoires d'analyse, et pour évaluer la précision et l'exactitude des nouvelles méthodes radiochimiques.

Les radionucléides de la famille du thorium et de l'uranium, le radium 226, le plomb 210 et le polonium 210 sont particulièrement intéressants pour l'industrie minérale canadienne. Alors que l'on peut obtenir auprès du *National Bureau of Standards* (1) certains matériaux biologiques de référence homologués du point de vue de leur contenu en certains radionucléides, il n'existe aucun matériau biologique de référence "connu" qui soit homologué quant aux radionucléides susmentionnés. En conséquence, on a entrepris en 1980 un projet en conformité avec le Programme national de recherche sur les résidus d'uranium, afin de répondre à ce besoin.

PRÉPARATION DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE

On a recueilli environ 200 kg de brindilles et d'aiguilles d'épinette provenant de la région d'exploitation minière d'uranium de Cluff Lake, dans le nord de la Saskatchewan. On a spécifiquement recueilli ces matériaux dans deux sites situés à proximité de la présente mare de décantation des déchets, et dans un troisième site situé à environ 100 m d'une zone minéralisée en uranium, maintenant épuisée. Les matériaux demandés ont été recueillis au terme d'un contrat par le Dr. C.E. Dunn, biogéochimiste de Régina en Saskatchewan (voir l'annexe A).

On a séparé le matériau collecté en aiguilles et brindilles d'épinette; on l'a ensuite séché à l'air, déchiqueté, passé au broyeur à boulets, et mélangé. On a ensuite passé le produit pulvérulent obtenu à travers un tamis de 212 µm, puis on l'a introduit dans des flacons de 125 g, que l'on a placés dans des sachets en papier d'aluminium, pour que les échantillons se conservent intégralement. Le personnel chargé de l'exécution du Projet canadien sur les matériaux de référence certifiés a effectué les travaux préparatoires. Les matériaux de référence CLV-1 et CLV-2 représentent respectivement les brindilles et aiguilles d'épinette. On a soumis tous ces produits à une irradiation en bloc aux rayons gamma, à une dose minimum de 25 000 Sv, pour les stériliser.

PROGRAMME INTERLABORATOIRES

Des contrats concernant l'analyse des deux matériaux de référence ont été adjugés aux laboratoires Chemex Labs Ltd. de North Vancouver; au Saskatchewan Research Council (Conseil de recherches de la Saskatchewan); et aux Monenco Analytical Laboratories (Laboratoires d'analyse Monenco) de Calgary (voir l'annexe A). Le Laboratoire de chimie des Laboratoires des sciences minérales du CANMET, et cinq laboratoires volontaires ont fourni des résultats analytiques supplémentaires. Les laboratoires qui ont volontairement participé au programme étaient les Laboratoires de radiochimie de la Commission de contrôle de l'énergie atomique, Ressources Eldorado à Ottawa, l'Hydro Ontario à Pickering, l'Institut des eaux douces à Winnipeg, et le réacteur Slowpoke de l'Université de Toronto. On a énuméré les laboratoires participants suivant un ordre alphabétique, à l'annexe B.

On a fourni aux laboratoires volontaires un flacon de chaque produit; on leur a demandé de fournir quatre résultats indépendants pour chacun des éléments suivants: radium 226, plomb 210, polonium 210 et thorium 230. Les matériaux d'étalonnage employés dans ces déterminations devaient présenter une incertitude globale de 5 % au maximum, et les périodes de comptage utilisées pour chaque détermination devaient être suffisamment longues pour que l'incertitude d'activité propagée ne dépasse pas 5 % relativement au niveau de confiance d'un sigma.

On a demandé aux laboratoires volontaires de se conformer si possible aux instructions communiquées aux laboratoires qui ont reçu des contrats. En outre, on a demandé à tous les laboratoires de fournir tout autre résultat analytique pouvant être utile au programme interlaboratoires.

RÉSULTATS DU PROGRAMME INTERLABORATOIRES

Le programme interlaboratoires a fourni des données analytiques relatives à plusieurs éléments et radionucléides. Toutefois, on n'a obtenu suffisamment de données analytiques pour justifier l'estimation de valeurs concordantes, que dans les cas de l'uranium, du plomb 210, du polonium 210, du radium 226 et du thorium 230. On a défini la moyenne générale de toutes les déterminations individuelles, à l'exclusion d'ensembles statistiques ou de données ponctuelles aberrantes ou tous deux, comme la valeur acceptée indiquant l'activité d'un radionucléide, aux fins de l'exécution du pré-

sent programme (2). Les valeurs ainsi déterminées apparaissent au tableau 1. Le tableau 2 présente les valeurs provisoires fournies pour le césium 137, d'après les résultats qu'ont obtenus trois laboratoires. Le tableau 3 contient diverses données analytiques supplémentaires relatives à divers éléments et radionucléides, et ne provenant que d'un laboratoire; ces résultats ne sont présentés qu'à des fins d'information.

On a examiné visuellement les données analytiques dans le but d'y découvrir des résultats de toute évidence aberrants et des irrégularités. On a soumis au test de Dixon les ensembles caractérisés par une variance inhabituellement élevée, afin de déterminer si une seule donnée de référence pouvait être la cause de cette irrégularité (2). On a découvert deux cas de ce type, et l'on a pas utilisé les données en question pour effectuer d'autres calculs. On a employé à cette fin un niveau de signification $\alpha = 0{,}05$. En outre, trois ensembles de résultats dans le cas du radium 226 – pour lesquels la moyenne montrait une différence de plus du double relativement à l'écart-type global par rapport à la valeur moyenne initialement calculée – n'ont pas été utilisés pour le calcul des paramètres statistiques. Le tableau 4 contient les données statistiques provenant du programme interlaboratoires.

On présente aux tableaux 5 à 10 les résultats analytiques obtenus auprès des laboratoires participants. La désignation numérique des laboratoires indiqués dans ces tableaux *ne correspond pas* à leur place dans la liste alphabétique des laboratoires participants (voir l'annexe B). On a résumé à l'annexe C les méthodes radiochimiques. Les rapports préparés par les entrepreneurs sont répertoriés à l'intérieur des fichiers, dans les bureaux du Programme national de recherche sur les résidus d'uranium. Les matériaux d'étalonnage employés par les laboratoires participants étaient des solutions et poudres solides de qualité reconnue, caractérisées par des incertitudes totales inférieures à 5 %.

Un grand nombre des laboratoires qui ont participé à ce programme ont aussi participé à d'autres programmes interlaboratoires du CANMET, et l'on peut obtenir dans la documentation sur les précédents programmes interlaboratoires (2,3,4) une vue d'ensemble détaillée des méthodes d'étalonnage actuellement utilisées.

DISCUSSION

Les estimations de la précision et de l'exactitude des valeurs reconnues méritent d'être commentées. La variance entre laboratoires est significative relativement à la composante intralaboratoire, comme on l'a constaté lors d'autres programmes interlaboratoires (2,3,4).

Les intervalles de confiance de 95 %, pour le plomb 210 et le radium 226 dans CLV-1, sont comparables à ceux que l'on a obtenus à propos du matériau de référence DL-1A lors d'un programme interlaboratoires considérablement plus étendu, même si DL-1A contient deux fois la concentration trouvée dans CLV-1 (3,4). DL-1A est un produit pulvérisé, provenant de stériles de la région d'Elliot Lake, et complètement différent de CLV-1. Ces limites de confiance comparables indiquent dans quelle mesure se rapprochent actuellement les résultats obtenus par les divers laboratoires participants, à des concentrations nettement au-dessus de la limite de détection, et sont naturellement indépendantes de la matrice. Les limites de confiance dans le cas de l'uranium et du thorium 230 dans CLV-1 sont comparables à celles caractérisant le radium 226 et le plomb 210. Toutefois, les valeurs obtenues pour le polonium 210 présentent un intervalle de confiance assez étendu dans les deux matériaux de référence.

Les quatre laboratoires ont tous utilisé les mêmes méthodes, qui se sont avérées fiables durant le programme conjoint des laboratoires du CANMET sur les matériaux de référence provenant de résidus miniers (2), bien que les concentrations soient plus élevées et que la matrice soit différente.

Dans tous les cas, ils ont obtenu un écart-type intralaboratoire acceptable. Par conséquent, le vaste intervalle de confiance indique une médiocre concordance entre les résultats des divers laboratoires, et indique que ceux-ci ont rencontré des difficultés lors de la détermination du polonium 210 à cette concentration ou dans cette matrice, ou les deux.

Dans CLV-2, les concentrations sont plus basses que dans CLV-1 d'environ un ordre de grandeur ou davantage, et en conséquence, les intervalles de confiance sont plus étendus. Chaque donnée de référence soumise par les laboratoires devait présenter une incertitude de 5 % ou moins dans le comptage (la mesure de l'activité des isotopes), mais la concordance entre les résultats des divers laboratoires n'a pas été aussi bonne que dans le cas de l'échantillon CLV-1 ou d'autres programmes interlaboratoires (2,3,4). Ces larges limites de confiance pourraient nous guider, lorsqu'il s'agit d'interpréter des résultats obtenus en laboratoire sur des matériaux de ce type à des concentrations du même ordre.

Il convient d'indiquer qu'un équilibre radiochimique n'existe ni dans CLV-1 ni dans CLV-2. Ce résultat était prévisible, puisque les radionucléides sont absorbés à l'état élémentaire en solution

aqueuse, ou de produit de filiation, et non dans des particules ou minéraux entiers. Malheureusement, l'absence d'équilibre radiochimique a eu plusieurs conséquences pour l'analyse. Dans l'échantillon CLV-1, la concentration du polonium 210 est légèrement plus basse que celle du plomb 210, mais on prévoit que ces deux radionucléides se trouveront en équilibre dès octobre 1986, et cette durée correspondra approximativement à cinq périodes de désintégration du polonium 210 après la préparation de l'échantillon CLV-1.

Dans CLV-2, le plomb 210 et le polonium 210 se trouvent en équilibre, mais le radium 226 n'équilibre pas le plomb 210. Cette absence d'équilibre entre les radionucléides à longue période de désintégration ne devrait pas causer de problèmes pratiques d'analyse, puisque le matériau sera probablement épuisé avant que ces problèmes ne deviennent significatifs. Cependant, un problème plus sérieux est celui des émanations de radon à partir des échantillons CLV-1 et CLV-2. Smith a constaté que l'émanation de radon à partir de ces matériaux était importante: 74 % et 30 % pour CLV-1 et CLV-2 respectivement (5).

Une conséquence pratique du dégagement de radon est qu'à la fois les concentrations de plomb 210 et de polonium 210 diminuent légèrement en fonction du temps, comme l'indiquent les tableaux 11 et 12, qui sont une reproduction des tableaux que présente Smith dans son rapport (5). Le tableau 12 indique aussi le déclin prévu de l'activité du césium 137.

RÉFÉRENCES

1. Radioactivity Standard Reference Materials, National Bureau of Standards, Radioactivity Group; Gaithersburg, Md.; U.S. Dept. of Commerce.

2. Smith, C.W.; Steger, H.F.; Bowman, W.S. "Matériaux de référence provenant de résidus d'uranium"; *Programme national de recherche sur les résidus d'uranium* PNRRU-2F; Énergie, Mines et Ressources Canada, 1984.

3. Smith, C.W. et Steger, H.F. "Radium 226 dans les minerais d'uranium de référence certifiés DL-1a, BL-4a, DH-1a, et BL-5"; *Rapport du CANMET* 83-9F; Énergie, Mines et Ressources Canada, 1983.

4. Smith, C.W. et Steger, H.F. "Plomb 210 dans les minerais d'uranium de référence certifiés DL-1a, BL-4a, DH-1a, et BL-5"; *Rapport du CANMET* 84-11F; Énergie, Mines et Ressources Canada, 1984.

5. Smith, C.W. "Gamma-ray measurements of isotope activities in vegetative reference materials CLV-1 and CLV-2"; Laboratoires des sciences minérales; *Rapport de Division* MRP/MSL 85-67(IR); Énergie, Mines et Ressources Canada, 1985.

TABLEAUX

Tableau 1 – Valeurs reconnues relatives aux constituants des échantillons CLV-1 et CLV-2

Matériaux de référence	Constituants (Bq/g)				
	^{210}Pb	^{210}Po	^{226}Ra	^{230}Th	U*
CLV-1	0,66	0,49**	0,70	0,31	86,8
CLV-2	0,074	0,073**	0,038	0,033	3,6

* µg/g
**En janvier 1986, on prévoyait que cet élément atteindrait les limites de confiance du ^{210}Pb dès le 1er octobre 1986, puis resterait ensuite en équilibre radiochimique avec le ^{210}Pb.

Tableau 2 – Valeur provisoire relative au césium 137 dans les échantillons CLV-1 et CLV-2

Matériaux de référence	^{137}Cs (Bq/g)
CLV-1	0,11
CLV-2	0,034

Trois laboratoires ont fourni huit déterminations pour CLV-1 et CLV-2. Ces mesures ont été faites en 1985.

Tableau 3 – Information analytique sur les constituants (µg/g sauf indication contraire)

Constituant	Matériaux de référence	
	CLV-1	CLV-2
^{238}U*	1,06 ± 0,06	0,044 ± 0,002
^{234}U*	1,06 ± 0,06	0,045 ± 0,002
^{232}Th*	0,0022 ± 0,0002	0,0006 ± 0,00007
Th	0,53	0,14
^{40}K *	0,080 ± 0,009	0,12 ± 0,02
Co	≤3,8	≤4,5
Dy	≤0,53	≤1,1
Ba	≤170	≤280
Ti	≤130	≤160
I	≤4,0	≤8,0
Br	≤10	≤20
Mg	≤800	≤1000
Cu	≤40	≤41
Na	280 ± 20	≤70
V	3,6 ± 0,4	≤0,76
Mn	612 ± 7	1940 ± 20
Cl	220 ± 10	440 ± 60
Sr	≤310	≤530
% Ca % en poids	0,63 ± 0,03	0,77 ± 0,04
% K % en poids	≤0,20	≤0,42
Al **	1430 ± 40	320 ± 20

* Bq/g
** On n'a pas apporté de correction qui tienne compte de la contribution du phosphore, lors de l'analyse par activation neutronique.

Toutes les valeurs figurant dans ce tableau sont des résultats uniques.

Tableau 4 – Valeurs reconnues et paramètres statistiques connexes, Bq/g

	Radionucléides					
	Valeur reconnue, intervalle de confiance de 95 % (nombre de groupes, nombre de valeurs, CV %)					
	^{210}Pb	^{210}Po	^{226}Ra	^{230}Th	U	U*
CLV-1	0,66	0,49**	0,70	0,31	1,07	87
	0,60-0,72	0,29-0,68	0,67-0,73	0,28-0,33	1,01-1,13	82-91
	(6,23;3,5)	(4,15;6,8)	(7,26;4,2)	(6,23;10)	(8,29;2,4)	(8,29;2,4)
CLV-2	0,074	0,073	0,038	0,033	0,044	3,6
	0,065-0,083	0,052-0,094	0,026-0,050	0,019-0,047	0,038-0,051	3,1-4,2
	(6,23;8,0)	(4,16;7,1)	(7,25;6,9)	(6,22;11)	(8,30;7,5)	(8,30;7,5)

* µg/g
CV % = écart-type relatif moyen, à l'intérieur du laboratoire.
** En janvier 1986, on prévoyait que ^{210}Po augmenterait et atteindrait les limites de confiance du ^{210}Pb dès le 1er octobre 1986, et atteindrait ensuite un équilibre radiochimique avec le ^{210}Pb.

Tableau 5 – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le plomb 210 dans CLV-1 et CLV-2 (Bq/g)

Laboratoire	Résultats indépendants				Moyenne	É.-T.
			Matériau de référence CLV-1			
LAB- 1	0,75	0,72	0,75	0,72	0,735	0,017
LAB- 2	0,63	0,62	0,63	0,63	0,628	0,005
LAB- 3	0,662	0,729	0,684	0,634	0,677	0,040
LAB- 4 (Beta)	0,66	0,63	0,64	0,61	0,635	0,021
LAB- 4 (Gamma)	0,667	0,765	0,646	0,683	0,690	0,052
LAB- 8	0,575	0,566	0,581		0,574	0,008
			Matériau de référence CLV-2			
LAB- 1	0,09	0,08	0,08	0,08	0,083	0,005
LAB- 2	0,066	0,065	0,059	0,067	0,064	0,004
LAB- 3	0,092	0,079	0,093	0,062	0,082	0,015
LAB- 4 (Beta)	0,073	0,061	0,063	0,060	0,064	0,006
LAB- 4 (Gamma)	0,0773	0,0825	0,0841	0,0791	0,081	0,003
LAB- 8	0,0754	0,0678	0,0710		0,071	0,004

Tableau 6 – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le polonium 210 dans CLV-1 et CLV-2 (Bq/g)

Laboratoire	Résultats indépendants				Moyenne	É.-T.
			Matériau de référence CLV-1			
LAB- 1	0,35	0,38	0,36	0,32	0,353	0,025
LAB- 2	0,46	0,45	0,41	0,41	0,433	0,026
LAB- 3	0,664	0,515	0,638	0,582	0,600	0,066
LAB- 8	0,606	0,574	0,581		0,587	0,017
			Matériau de référence CLV-2			
LAB- 1	0,06	0,06	0,07	0,06	0,063	0,005
LAB- 2	0,065	0,065	0,059	0,066	0,064	0,003
LAB- 3	0,092	0,087	0,099	0,087	0,091	0,006
LAB- 8	0,0764	0,0689	0,0828	0,0682	0,074	0,007

Tableau 7 – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le radium 226 dans CLV-1 et CLV-2 (Bq/g)

Laboratoire	Résultats indépendants				Moyenne	É.-T.
			Matériau de référence CLV-1			
LAB- 1	0,71	0,70	0,73	0,72	0,715	0,013
LAB- 2	0,70	0,71	0,68	0,65	0,685	0,027
LAB- 3	0,774	0,774	0,673	0,829	0,763	0,065
LAB- 4 (Alpha)	0,690	0,695	0,690	0,682	0,689	0,005
LAB- 4 (Gamma)	0,687	0,689	0,631	0,685	0,673	0,028
LAB- 5 (Alpha)	0,671	0,687	0,742		0,700	0,037
LAB- 5 (Gamma)	0,992	1,05			1,021	0,041
LAB- 8	0,693	0,651	0,721		0,688	0,035
			Matériau de référence CLV-2			
LAB- 1	0,05	0,06	0,05	0,05	0,053	0,005
LAB- 2 (Alpha)	0,014	0,014	0,013	0,014	0,014	0,001
LAB- 2 (Gamma)	0,043	0,040			0,042	0,002
LAB- 3	0,043	0,0396	0,0440	0,0436	0,043	0,002
LAB- 4 (Alpha)	0,042	0,032	0,041	0,043	0,040	0,005
LAB- 4 (Gamma)	0,0370	0,0394	0,0373	0,0407	0,039	0,002
LAB- 5 (Alpha)	0,0737	0,0787	0,1017		0,085	0,015
LAB- 5 (Gamma)	0,089	0,095			0,092	0,004
LAB- 8	0,0389	0,0344	0,0400		0,038	0,003

Tableau 8 – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le thorium 230 dans CLV-1 et CLV-2 (Bq/g)

Laboratoire	Résultats indépendants				Moyenne	É.-T.
			Matériau de référence CLV-1			
LAB- 1	0,32	0,30	0,29	0,33	0,310	0,018
LAB- 2	0,32	0,28	0,30	0,29	0,298	0,017
LAB- 3	0,309	0,349	0,264	0,282	0,301	0,037
LAB- 4	0,30	0,29	0,33	0,46	0,345	0,079
LAB- 6	0,31	0,33	0,33	0,31	0,320	0,012
LAB- 8	0,282	0,228	0,283		0,264	0,032
			Matériau de référence CLV-2			
LAB- 1	0,03	0,03	0,03	0,03	0,030	0,000
LAB- 2	0,04	0,03	0,03	0,03	0,033	0,005
LAB- 3	0,030	0,0223	0,0264	0,0242	0,026	0,003
LAB- 4	0,02	0,07	0,02	0,02	0,033	0,025
LAB- 6	0,07	0,05	0,06	0,05	0,058	0,010
LAB- 8	0,0379	0,0273	0,026		0,030	0,007

Tableau 9 – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'uranium dans CLV-1 et CLV-2 (µg/g)

Laboratoire	Résultats indépendants					Moyenne	É.-T.
			Matériau de référence CLV-1				
LAB- 1	84,9	86,9	86,4	86,8		86,25	0,93
LAB- 2	88,3	87,6	87,0	88,2		87,78	0,60
LAB- 3	89,6	93,0				91,30	2,40
LAB- 4	79,2	74,2	75,9	75,9		76,30	2,09
LAB- 4	95,5	94,1	93,8	92,9		94,08	1,08
LAB- 5	87,2	64,1	83,0	87,7		80,50	11,13
LAB- 6	87,	79,	92,	90,	90.	87,60	5,13
LAB- 8	85,6	85,6	88,9			86,70	1,91
			Matériau de référence CLV-2				
LAB- 1	3,4	3,5	3,3	3,4		3,40	0,08
LAB- 2	3,4	3,6	3,8	3,7		3,40	0,17
LAB- 3	3,3	3,5				3.40	0,14
LAB- 4	2,6	2,6	2,7	2,6		2,63	0,05
LAB- 4	3,86	3,64	3,64	3,24		3,60	0,26
LAB- 5	3,5	3,3	4,4	4,0		3,80	0,50
LAB- 6	5,9	4,5	4,1	4,3	4,8	4,72	0,71
LAB- 8	3,26	4,06	3,46			3,59	0,42

Tableau 10 – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le césium 137 dans CLV-1 et CLV-2 (Bq/g)

Laboratoire	Résultats indépendants				Moyenne	É.-T.
			Matériau de référence CLV-1			
LAB- 4	0,111	0,113	0,112	0,107	0,111	0,003
LAB- 7	0,0945	0,0950	0,0979		0,096	0,002
LAB- 8	0,113				0,113	1
			Matériau de référence CLV-2			
LAB- 4	0,0391	0,0353	0,0367	0,0359	0,037	0,002
LAB- 7	0,0303	0,0334	0,0274		0,030	0,003
LAB- 8	0,0374				0,037	1

Tableau 11 – Taux d'émanation du radon 222, E %, à partir de CLV-1 et CLV-2 (70 g/125 mL dans une boîte de conserve en acier, ouverte à sa partie supérieure, 72 cm²)

	^{222}Rn[1] retenu, Bq/g (± 2σ)	E[2](± 2σ) %
CLV-1	0,1827 ± 0,0042; 0,1785 ± 0,0042	73,7 ± 0,5
CLV-2	0,0274 ± 0,0028; 0,0264 ± 0,0028	30,3 ± 7,4

[1]Mesures en double 1 et 5 jours après retrait du matériel de la bouteille.
[2]$100(1 - {}^{222}Rn/{}^{226}Ra)$, avec détermination du ^{226}Ra par spectrométrie gamma.

Tableau 12 – Désintégration prévue du plomb 210[1] et activités du césium 137[2] dans CLV-1 et CLV-2
A/Ao est l'activité prédite après t années, comparativement à l'activité enregistrée en avril 1985.

	A/Ao			
	CLV-1		CLV-2	
t (y)	^{210}Pb	^{137}Cs	^{210}Pb	^{137}Cs
2	0,956	0,955	0,960	0,960
5	0,894	0,891	0,904	0,891
10	0,803	0,793	0,822	0,793

[1]$A/Ao = \exp(-\lambda t) + (1-x)(A_{Ra}/Ao)[1-\exp(-\lambda t)]$, où $\lambda = 0{,}0311\ y^{-1}$ et Ao et A_{Ra} sont les activités mesurées de ^{210}Pb et ^{226}Ra respectivement.
[2]On postule une demi-vie de 29,94 années.

ANNEXE A
RAPPORTS DES ENTREPRENEURS

ANNEXE A

Rapports soumis par les participants aux termes du contrat complété en mars 1985*

Laboratoire	Contrat**		
	Titre	Demande nº	Série nº
Dr Colin Dunn Biogéochimiste Régina, (Sask.)	Collecte de matériaux d'origine végétale destinés à un projet d'acquisition de matériaux de référence biologiques	23241-4-1681	OSQ84-00114
Chemex Labs Ltd. North Vancouver (C.-B.) aux termes d'un contrat de sous-traitance avec le Saskatchewan Research Council Saskatoon (Sask.)	Analyse radiochimique de matériaux de référence d'origine végétale CLV-1 et CLV-2	23241-4-1703	OSR84-00216
Monenco Analytical Laboratories Calgary, (Alb.)	Analyse radiochimique des matériaux de référence d'origine végétale II	23241-4-1704	OSR84-00217

* *Rapports fournis aux responsables du Programme national de recherche sur les résidus d'uranium, Centre canadien de la technologie des minéraux et de l'énergie, 555, rue Booth, Ottawa, Canada, K1A 0G1.*

** *Financé dans le cadre du Projet national de recherche sur les résidus d'uranium.*

ANNEXE B
LABORATOIRES PARTICIPANTS

ANNEXE B

Laboratoires participant au programme interlaboratoires

Commission de contrôle de l'énergie atomique
du Canada
Laboratoire d'analyse
D.F. Sullivan

Centre canadien de la technologie des minéraux et
de l'énergie
Laboratoires des sciences minérales
a) *J.L. Dalton, R.H. McCorkell et M. Desgagné*
b) *C.W. Smith*

Chemex Labs Ltd.
North Vancouver (C.-B.)
M. LeGeyt et E. Savoy

Ministère des Pêches et Océans
Institut des eaux douces
Winnipeg
P. Wilkinson

Ressources Eldorado Ltée.
Laboratoire d'analyse, Tunneys Pasture
M.C. Miedma

Monenco Analytical Laboratories
Calgary
J. Dean et N. Chiu

Hydro Ontario
Pickering
G.J. Pilar

Saskatchewan Research Council
Services d'analyses, Saskatoon
G. Smithson, D. Chorney, S. Magon et L. Turple

Réacteur nucléaire Slowpoke
Université de Toronto
R. Hancock

ANNEXE C
RÉSUMÉ DES MÉTHODES D'ANALYSE

ANNEXE C

Résumé des procédés radiochimiques d'analyse du plomb 210

	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4a	Lab 4b	Lab 8
Décomposition	Digestion par l'acide					Digestion par l'acide plus fusion avec $K_2S_2O_7$
Séparation	Extraction de ^{210}Bi avec DDTC				Spectrométrie directe gamma	Extraction ionique
Collecte	Coprécipitation avec BiOCl				Détermination de ^{210}Pb	Dépôt spontané de ^{210}Po
Comptage	Comptage des désintégrations bêta pour ^{210}Bi					Comptage des désintégrations alpha
Produit obtenu	Bi par AA			Bi par FRX		Pb par SAA

Procédés radiochimiques d'analyse du polonium 210

Les quatre laboratoires ont employé la digestion par l'acide, et le laboratoire 8 a aussi employé la fusion à basse température. Ensuite, on a recueilli le polonium par dépôt spontané sur des disques d'argent ou de nickel. Pour les mesures, on a employé le comptage des désintégrations alpha ou la spectrométrie alpha. Les laboratoires 3 et 8 ont employé respectivement le polonium 208 et le polonium 209 pour mesurer le rendement des produits de fission.

Résumé des procédés radiochimiques d'analyse du thorium 230

	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4	Lab 6	Lab 8
Décomposition	Fusion avec $K_2S_2O_7$	Réduction en cendres plus digestion par plusieurs acides	Digestion par $HClO_4$	Digestion dans plusieurs acides	Digestion dans plusieurs acides	Réduction en cendres, digestion par plusieurs acides plus fusion avec $K_2S_2O_7$
Séparations	Coprécipitation avec $BaSO_4$	Coprécipitation avec $La(OH_3)$	Coprécipitation avec $PbSO_4$ plus extraction par solvant	Extraction ionique	Coprécipitation avec $BaSO_4$	Extraction ionique
Collecte	Coprécipitation avec $Th(OH)_n$	Coprécipitation avec LaF_3	Coprécipitation avec $Ce(OH)_3$	Coprécipitation avec $Ti(OH)_n$	Coprécipitation avec $Ti(OH)_n$	Extraction par solvant avec TTA
Comptage	Spec. Alpha					
Rendement des produits de fission	^{234}Th	—	—	Rien	^{234}Th	^{228}Th

Résumé des procédés radiochimiques d'analyse du radium 226

	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4a	Lab 4b	Lab 5a	Lab 5b	Lab 8
Décomposition	Fusion avec $K_2S_2O_7$	Réduction en cendres plus digestion par plusieurs acides	Digestion par $HClO_4$	Réduction en cendres plus digestion par plusieurs acides	Échantillon placé dans une boîte hermétique		Digestion par plusieurs acides	Réduction en cendres, digestion par plusieurs acides, plus fusion avec $K_2S_2O_7$
Séparation	Coprécipitation avec $PbSO_4$						Coprécipitation avec $PbSO_4$	Collecte du radon dans un piège à charbon actif
Collecte	Coprécipitation avec $BaSO_4$						Coprécipitation avec $BaSO_4$	
Comptage	Spec. alpha comptage brut des désintégrations alpha	Spec. alpha			Spec. gamma		Spec. alpha	Émanation de radon
Rendement des produits de fission	^{133}Ba						^{133}Ba	

Résumé des procédés radiochimiques d'analyse de l'uranium

Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4a	Lab 6	Lab 5	Lab 4b	Lab 8
	Comptage retardé des neutrons après irradiation		Digestion dans plusieurs acides, suivie de la fluorométrie optique		Digestion dans plusieurs acides suivie de la fluorométrie à laser	Radiométrie gamma du ^{234}Th	Digestion dans plusieurs acides, extraction ionique, extraction par solvant, et collecte et séparation, spectrométrie alpha pour la détermination des isotopes U

Résumé des procédés radiochimiques d'analyse du césium 137 et du potassium 40

Les laboratoires 4b, 7 et 8 ont utilisé la spectrométrie directe gamma.

READER SURVEY

CANMET is striving to improve service to you, our readers. Please help us by taking the time to respond to our Reader Survey. Thank you.

PNRRU – 4F

Did you find the information in this publication useful?
Very ☐ Somewhat ☐ Not at all ☐

Did you find the information timely ☐ late ☐ ?

Would you prefer to receive CANMET publications in
English ☐ French ☐ both ☐ ?

Which would you prefer: release of CANMET publications simultaneously in both English and French, accepting the delay due to translation; ☐ or, release in the original language as soon as it is available; second language version to follow as soon as possible; ☐

Comments: _____

_____

_____

QUESTIONNAIRE

CANMET désire améliorer son service aux lecteurs; veuillez nous aider en prenant quelques minutes pour répondre à notre questionnaire. Nous apprécions votre collaboration.

PNRRU – 4F

Les informations contenues dans cette publication vous ont-elle été utiles?
très ☐ peu ☐ pas du tout ☐

L'information est-elle appropriée? oui ☐ non ☐

Dans quelle langue désirez-vous recevoir les publications de CANMET?
anglais ☐ français ☐ anglais et français ☐

Indiquez votre préférence: Diffusion simultanée des publications de CANMET dans les deux langues officielles en acceptant les délais occasionnés par la traduction; ☐
ou: Diffusion de la publication originale dès que disponible et de la traduction dans un délai raisonnable; ☐

Commentaires: _____

_____